#### ANTRAG

Vom Anmeldeamt auszufüllen
Internationales Aktenzeichen
Internationales Anmeldedatum
Name des Anmeldeamts und "PCT International Application"

21111110	T	- t
	Internationales Anmelde	catum
Der Unterzeichnete beantragt, daß die vorliegende internationale Anmeldung nach dem Vertrag über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens behandelt wird.	Aktenzeichen des Anme	s und "PCT International Application" elders oder Anwalts (falls gewünscht)
	(max. 12 Zeichen) M	/LAM-032-PC
Feld Nr. I BEZEICHNUNG DER ERFINDUNG Verfahren und Anordnung zur Bestimmung von Wasserinhaltsstoffen		
Feld Nr. II ANMELDER Diese Person ist	gleichzeitig Erfinder	
Name und Anschrift: (Familienname, Vorname; bei juristischen Personen vollständige amtliche Bezeichnung. Bei der Anschrift sind die Postleitzahl und der Name des Staats anzugeben. Der in diesem Feld in der Anschrift angegebene Staat ist der Staat des Sitzes oder Wohnsitzes des Anmelders, sofern nachstehend kein Staat des Sitzes oder Wohnsitzes angegeben ist.)		Telefonnr.:
LAR Analytik & Umweltmeßtechnik GmbH		Telefaxiii
Adalbertstr. 37/38		Fernschreibnr.:
10179 Berlin		
DE		Registrierungsnr. des Anmelders beim Amt:
Staatsangehörigkeit <i>(Staat)</i> : DE	Sitz oder Wohnsitz (S	ltaat):
Diese Person ist Anmelder alle Bestimmungss für folgende Staaten: alle Bestimmungsstaaten alle Bestimmungsstaaten	taaten mit Ausnahme	nur die Vereinigten die im Zusatzfeld Staaten von Amerika angegebenen Staaten
Feld Nr. III WEITERE ANMELDER UND/ODER (WEIT	ERE) ERFINDER	
Name und Anschrift: (Familienname, Vorname; bei juristischen Personen vollständige amtliche Bezeichnung. Bei der Anschrift sind die Postleitzahl und der Name des Staats anzugeben. Der in diesem Feld in der Anschrift angegebene Staat ist der Staat des Sitzes oder Wohnsitzes des Anmelders, sofern nachstehend kein Staat des Sitzes oder Wohnsitzes angegeben ist.)		
ARTS, Werner		Anmelder und Erfinder
Berchtesgadener Str. 18		nur Erfinder (Wird dieses Kästchen angekreuzt, so sind die nachstehenden
10825 Berlin		Angaben nicht nötig.) Registrierungsnr. des Anmelders beim Amt:
DE		
Staatsangehörigkeit (Staat): DE	Sitz oder Wohnsitz (St. DE	
Diese Person ist Anmelder alle Bestim- für folgende Staaten: alle Bestimmungss der Vereinigten Sta	taaten mit Ausnahme aaten von Amerika	nur die Vereinigten Staaten von Amerika die im Zusatzfeld angegebenen Staaten
Weitere Anmelder und/oder (weitere) Erfinder sind auf einem Fortsetzungsblatt angegeben.		
Feld Nr. IV ANWALT ODER GEMEINSAMER VERTRE	TER; ODER ZUSTEL	LANSCHRIFT
Die folgende Person wird hiermit bestellt/ist bestellt worden, um für den zuständigen internationalen Behörden in folgender Eigenscha	den (die) Anmelder vor It zu handeln als:	Anwalt gemeinsamer Vertreter
Name und Anschrift: (Familienname, Vorname; bei juristischen Perst Bezeichnung. Bei der Anschrift sind die Postl Staats anzugeben.)	onen vollständige amtliche eitzahl und der Name des	Telefonnr.: 089/212186-0
HEINZE, Ekkehard		Telefaxnr.: 089/212186-70
Meissner, Bolte & Partner		Fernschreibnr.:
Postfach 86 06 24		remsemenum.
81633 München DE		Registrierungsnr. des Anwalts beim Amt:
DC		
Zustellanschrift: Dieses Kästchen ist anzukreuzen, wenn k obigen Feld eine spezielle Zustellanschrift angegeben ist.	ein Anwalt oder gemeins	amer Vertreter bestellt ist und statt dessen im

Fortsetzung von Feld Nr. III WEITERE ANMELDER UND/ODER (WEITERE) ERFINDER		
Wird keines der folgenden Felder benutzt, so sollte dieses Blatt dem Antrag nicht beigefügt werden.		
Name und Anschrist: (Familienname, Vorname; bei juristischen Personen vollständige amtliche Bezeichnung. Bei der Anschrift sind die Postleitzahl und der Name des Staats arzugeben. Der in diesem Feld in der Anschrift angegebene Staat ist der Staat des Sitzes oder Wohnsitzes des Anmelders, sofern nachstehend kein Staat des Sitzes oder Wohnsitzes angegeben ist.)  MARTENS, Berndt Bachstr. 16 22941 Bargteheide		Diese Person ist:
Staatsangehörigkeit (Staat):	Sitz oder Wohnsitz (S	taat):
DE	DE	
Diese Person ist Anmelder alle Bestimmungssta für folgende Staaten: alle Bestimmungssta der Vereinigten Staa	aten mit Ausnahme ten von Amerika	nur die Vereinigten Staaten von Amerika die im Zusatzfeld angegebenen Staaten
Name und Anschrift: (Familienname, Vorname; bei juristischen Perso Bezeichnung. Bei der Anschrift sind die Postleitzahl und der Name des S diesem Feld in der Anschrift angegebene Staat ist der Staat des Sit Anmelders, sofern nachstehend kein Staat des Sitzes oder Wohnsitzes ang	Staats anzugeben. Der in	Diese Person ist:  nur Anmelder  Anmelder und Erfinder  nur Erfinder (Wird dieses Kästchen angekreuzt, so sind die nachstehenden Angaben nicht nötig.)  Registrierungsnr. des Anmelders beim Amt:
Staatsangehörigkeit (Staat):	Sitz oder Wohnsitz (S	Staat):
Diese Person ist Anmelder alle Bestimmungsstaten alle Bestimmungsstaten für folgende Staaten: alle Bestimmungsstaten der Vereinigten Staat	aaten mit Ausnahme aten von Amerika	nur die Vereinigten Staaten von Amerika die im Zusatzfeld angegebenen Staaten
Name und Anschrift: (Familienname, Vorname; bei juristischen Perso Bezeichnung. Bei der Anschrift sind die Postleitzahl und der Name des S diesem Feld in der Anschrift angegebene Staat ist der Staat des Sit Anmelders, sofern nachstehend kein Staat des Sitzes oder Wohnsttzes ang	Staats anzugeben. Der in zes oder Wohnsitzes des	Diese Person ist:  nur Anmelder  Anmelder und Erfinder  nur Erfinder (Wird dieses Kästchen angelreuzt, so sind die nachstehenden Angaben nicht nötig.)  Registrierungsnr. des Anmelders beim Amt:
Staatsangehörigkeit (Staat):	Sitz oder Wohnsitz	Staat):
Diese Person ist Anmelder alle Bestimmungsst für folgende Staaten: alle Bestimmungsstaaten der Vereinigten Sta	aaten mit Ausnahme	nur die Vereinigten die im Zusatzfeld Staaten von Amerika angegebenen Staaten
Name und Anschrift: (Familienname, Vorname; bei juristischen Perso Bezeichnung, Bei der Anschrift sind die Postleitzahl und der Name des diesem Feld in der Anschrift angegebene Staat ist der Staat des Sit Anmelders, sofern nachstehend kein Staat des Sitzes oder Wohnsitzes ang	Staats anzugeben. Der in zes oder Wohnsitzes des	I
Staatsangehörigkeit (Staat):	Sitz oder Wohnsitz (S	taat):
Diese Person ist Anmelder alle Bestim- für folgende Staaten: alle Bestimmungsstaaten der Vereinigten Sta	naten mit Ausnahme aten von Amerika	nur die Vereinigten die im Zusatzfeld Staaten von Amerika angegebenen Staaten
Weitere Anmelder und/oder (weitere) Erfinder sind auf einem zusätzlichen Fortsetzungsblatt angegeben.		

Blatt Nr3				
Feld Nr. V BESTIN	amungen			
Die Einreichung dieses internationalen Anmeld auch für ein nationales	ledatum verbindlich ist, un	Regel 4.9 Absatz a die Bestin d insoweit verfügbar, für jede A	mmung aller Vertragssta rt von Schutzrecht und so	aten, filr die der PCT am wohl für ein regionales als
Dennoch wird				
DE Deutschland	nicht für ein nationales Sci	hutzrecht bestimmt		
KR Republik Kor	rea nicht für ein nationales	Schutzrecht bestimmt		
RU Russische Fö	deration nicht für ein natio	onales Schutzrecht bestimmt		
vermeiden daß eine frü	here nationale Anmeldung	rden, um die betreffenden Best g, deren Priorität beansprucht v en solcher nationalen Rechtsvor:	wird, nach nationalem Re	echt ihre Wirkung verliert.
Feld Nr. VI PRIORI	TÄTSANSPRUCH			
Die Priorität der folgend	len früheren Anmeldung(e	n) wird hiermit in Anspruch gen	ommen:	
Anmeldedatum	Aktenzeichen der früheren Anmeldung	I	st die frühere Anmeldung	eine:
(Tag/Monat/Jahr)	der Huneren Affineidung	nationale Anmeldung: Staat oder Mitglied der WTO	regionale Anmeldung:* regionales Amt	internationale Anmeldung Anmeldeamt
Zeile (1) 22. Dezember 2003 (22.12.2003)	103 60 445.6	DE		
Zeile (2)				
Zeile (3)				
Weitere Prioritätsa	insprüche sind im Zusatzfe	eld angegeben.	I	
Das Anmeldeamt wird ersucht, eine beglaubigte Abschrift der oben bezeichneten früheren Anmeldung(en) zu erstellen und dem internationalen Büro zu übermitteln (nur falls die frühere Anmeldung(en) bei dem Amt eingereicht worden ist (sind), das für die Zwecke dieser internationalen Anmeldung Anmeldeamt ist):				
sämtliche Zeilen Zeile (1) Zeile (2) Zeile (3) weitere, siehe Zusatzfeld				
* Falls es sich bei der früheren Anmeldung um eine ARIPO-Anmeldung handelt, geben Sie mindestens einen Staat an, der Mitgliedstaat der Pariser Verbandsübereinkunft zum Schutz des gewerblichen Eigentums oder Mitglied der Welthandelsorganisation ist und für den oder das die frühere Anmeldung eingereicht wurde:				
Feld Nr. VII INTERNATIONALE RECHERCHENBEHÖRDE				
Wahl der internationalen Recherchenbehörde (ISA) (falls zwei oder mehr als zwei internationale Recherchenbehörden für die Ausführung der internationalen Recherche zuständig sind, geben Sie die von Ihnen gewählte Behörde an; der Zweibuchstaben-Code kann bemutzt werden): ISA /EP				
Antrag auf Nutzung der Ergebnisse einer früheren Recherche; Bezugnahme auf diese frühere Recherche (falls eine frühere				
Recherche bei der internationalen Recherchenbehörde beantragt oder von ihr durchgeführt worden ist):				
Datum (Tag/Monat/Jahr) Aktenzeichen Staat (oder regionales Amt)				
Feld Nr. VIII ERKLÄRUNGEN				
Die Felder Nr. VIII (i) bis (v) enthalten die folgenden Erklärungen (Kreuzen Sie unten die entsprechenden Kästchen an und geben Sie in der rechten Spalte für jede Erklärung deren Anzahl an):  Anzahl der Erklärungen				
Feld Nr. VIII (i)	Erklärung hinsichtl	ich der Identität des Erfinders		:
Feld Nr. VIII (ii) Erklärung hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, zum Zeitpunkt des internationalen Anmeldedatums, ein Patent zu beantragen und zu erhalten :				

Erklärung hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, zum Zeitpunkt des internationalen Anmeldedatums, die Priorität einer früheren Anmeldung

Erfindererklärung (nur im Hinblick auf die Bestimmung der Vereinigten Staaten von Amerika)  $\,$ 

# Feld Nr. VIII (v) Erklärung hinsichtlich unschädlicher Offenbarungen oder Ausnahmen von der Neuheitsschädlichkeit Formblatt PCT/RO/101 (Blatt 2) (Januar 2004) Siehe Anmerkt

zu beanspruchen

Feld Nr. VIII (iii)

Feld Nr. VIII (iv)

Wird dieses Zusutzfeld nicht benutzt, so sollte dieses Blatt dem Antrag nicht beigefügt werden.

- Wenn der Plat in einem Feld nicht für alle Angaben ausreicht: In diesem Fall schreiben Sie "Fortsetzung von Feld Nr. ..." [Nummer des Feldes angeben] und machen die l. Angaben entsprechend der in dem Feld, in dem der Plac nicht ausreicht, vorgeschriebenen Art und Weise, insbesondere:
  - Wenn mehr als zwei Anmelder und/oder Erfinder vorhanden sind und kein "Fortsetzungsblatt" zur Verfügung steht. In diesem Fall schreiben Sie "Fortsetzung von Feld Nr. [[]" und machen für jede weitere Person die in Feld Nr. III vorgeschriebenen Angaben. Der in diesem Feld in der Anschrift angegebene Staat ist der Staat des Sittes oder Wohnsittes des Anmelders, sofern nachstehend kein Staat des Sitzes oder Wohnsittes angegeben ist.
  - Wenn in Feld Nr. II oder III die Angabe "die im Zusatzfeld angegebenen Staaten" angelereut ist: In diesem Fall schreiben Sie "Fortsetzung von Feld Nr. II". "Fortsetzung von Feld Nr. III" bzw. "Fortsetzung von Feld Nr. II und Nr. III" werd geben den Namen der Ammelden oder die Namen der und geben den Namen des Anmelders oder die Namen der Anmelder an und neben jedem Namen den Staat oder die Staaten (und/oder ggf. ARIPO-, eurasisches, europäisches oder OAPI-Patent), für die die bezeichnete Person Anmelder
- Wenn der in Feld Nr. II oder III genannte Erfinder oder Erfinder/Anmelder nicht für alle Bestimmungsstaaten oder Fortsetzung von Feld Nr. III and neben jedem Namen der Feld Nr. II und Nr. III und Reben den Namen des Erfinders oder die Namen der Erfinder an und neben jedem Namen den Statte oder die Statte Gur in Statte der Statte oder der Statte oder der Statte oder die Statte oder der Statte Staat oder die Staaten (und/oder ggf. ARIPO-, eurosisches, europäisches oder OAPI-Patent), für die die bezeichnete Person Erfinder ist.
- Wenn zusätzlich zu dem Anwalt oder den Anwälten, die in Feld Nr. IV angegeben sind, weitere Anwalte bestellt sind: In diesem Fall schreiben Sie "Fortsetzung von Feld Nr. IV" und machen für jeden weiteren Anwalt die entsprechenden, in Feld Nr. IV vorgeschriebenen Angaben.
- (v) Wenn in Feld Nr. V bei einem Staat (oder bei OAPI) die Angabe "Zusatzpatent" oder "Zusatzertifikat," oder wenn in Feld Nr. V bei den Vereinigten Staaten von Amerika die Angabe "Fortsetzung" oder "Teilfortsetzung" hinzugefügt wird: In diesem Fall schreiben Sie "Fortsetzung von Feld Nr. V" und geben den Namen des betreffenden Staats (oder OAPI) an und nach dem Namen iedes solchen Staats (oder OAPI) an und nach dem Namen jedes solchen Staats (oder OAPI) das Aktenzeichen des Hauptschutzrechts oder der Hauptschutzrechtsanmeldung und das Datum der Erteilung des Hauptschutzrechts oder der Einreichung der Hauptschutzrechtsanmeldung.
- (vi) Wenn in Feld Nr. VI die Prioritat von mehr als fünf früheren Anmeldungen beansprucht wird: In diesem Fall schreiben Sie "Fortsetzung von Feld Nr. VI" und machen für jede weitere frühere Anmeldung die entsprechenden, in Feld Nr. VI vorgeschriebenen Angaben.
- Wenn, im Hinblick auf die Erklärung bzgl. vorsorglicher Bestimmungen in Feld Nr. V. der Anmelder Staaten von dieser Erklärung ausnehmen möchte: In diesem Fall schreiben 2. Sie "Bestimmung(en), die von der Erklürung bzgl. vorsorglicher Bestimmungen ausgenommen ist(sind) "und geben den Namen oder den Zweibuchstaben-Code jedes so auszeschlossenen

Fortsetzung von Feld Nr. IV Anwalt oder gemeinsamer Vertreter.

SAJDA, Wolf BOHNENBERGER, Johannes Dr. BOLTE, Erich MÖLLER, Friedrich KRUSPIG, Volkmar POPP, Eugen Dr. RUPPRECHT, Kay VETTER, Ewald O. SCHROER, Gemot ZECH. Stefan M.

HEILAND, Karsten

Patentanwälte Meissner, Boite & Partner Postfach 86 06 24

81633 München Deutschland

Kanzlei: Widenmayerstraße 48 80538 München Deutschland

Tel. (089) 21 21 86-0 Fax (089) 21 2T 86-70

Feld Nr. IX KONTROLLISTE; EINREICHUNGSSPRACHE			
Feld Nr. IX KONTROLLISTE; EINREICHU  Diese internationale Anmeldung enthält:  (a) auf Papier, die folgende Anzahl Blätter:  Antrag (inklusive Erklärungsblätter) : 5  Beschreibung (ohne Sequenzprotokoll und/oder diesbezügliche Tabellen) : 7  Ansprüche : 3  Zusammenfassung : 1  Teilanzahl : 17  Sequenzprotokoll diesbezügliche Tabellen :  (für beide, Anzahl der Blätter, soweit auf Papier eingereicht wird, unabhängig davon, ob zusätzlich auch in computer- lesbarer Form eingereicht wird; siehe unter (c))  Gesamtanzahl : 17	Dieser Unterla an und der bei 1.	internationalen Anmeldung liegen die folgenden agen bei (kreuzen Sie die entsprechenden Kästchen geben Sie in der rechten Spalte jeweils die Anzahl liegenden Exemplare an)  Blatt für die Gebührenberechnung Original einer gesonderten Vollmacht Original einer allgemeinen Vollmacht Kopie der allgemeinen Vollmacht; Aktenzeichen (falls vorhanden):  Begründung für das Fehlen einer Unterschnift Prioritätsbeleg(e), in Feld Nr. VI durch folgende Zeilennummer(n) gekennzeichnet:  Übersetzung der internationalen Anmeldung in die folgende Sprache:  Gesonderte Angaben zu hinterlegten Mikroorganismen oder anderem biologischen Material Sequenzprotokoll in computerlesbarer Form (Art und Anzahl der Datenträger)  Kopie ausschließlich für die Zwecke der internationalen Recherche nach Regel 13ter (und nicht als Teil der internationalen Anmeldung)	Anzahl : 1 : : : : : : : : : : : : : : : : : :
(b) ausschließlich in computerlesbarer Form (Abschnitt 801(a)(i))  (i) Sequenzprotokoll  (ii) diesbezügliche Tabellen	(iii)	Kopie(n) mit dem in der linken Spalte aufgeführten	:
(a) diesezugiche Tabelen  (c) auch in computerlesbarer Form (Abschnitt 801(a)(ii))  (i) Sequenzprotokoll  (ii) diesbezügliche Tabellen	10. 🗖 (i)	Sequenzprotokoll identisch ist  Tabellen in computerlesbarer Form im Zusammenhang mit Sequenzprotokoll (Art und Anzahl der Datenträger)  Kopie ausschließlich für die Zwecke der internationalen Recherche nach Abschnitt 802(b-quater) (und nicht als Teil der internationalen Anmeldung)	:
Art und Anzahl der Datenträger (Diskette, CD-ROM, CD-R oder sonstige) auf denen sich befinden  (i)  Sequenzprotokoll:		☐ (nur falls Felder (b) (ii) oder (c) (ii) in der linken Spalte angekreuzt wurden) zusätzliche Kopien einschließlich, soweit zutreffend, einer Kopie für die Zwecke der internationalen Recherche nach Abschnitt 802(b-quater) zusammen mit entsprechender Erklärung, daß die Kopie(n) mit dem in der linken Spalte aufgeführten Tabellen identisch ist (sind)	:
(zusätzliche eingereichte Kopien unter Punkt 9(ii) und/oder 10(ii) in der rechten Spalte angeben)  Abbildung der Zeichnungen, die	11. X	Sonstige (einzeln aufführen): Empfangsbescheinigung.	: : 1
mit der Zusammenfassung internationale Anmeldung eingereicht wird: deutsch			
Feld Nr. X UNTERSCHRIFT DES ANMELDERS, DES ANWALTS ODER DES GEMEINSAMEN VERTRETERS  Der Name jeder unterzeichnenden Person ist neben der Unterschrift zu wiederholen, und es ist anzugeben, sofern sich dies nicht eindeutig aus dem Antrag ergibt, in welcher Eigenschaft die Person unterzeichnet.			
Dr. Ekkehard Heinze, European Patent Attorney  München, 6. Dezember 2004			
1. Datum des tatsächlichen Eingangs dieser internationalen Anmelde amt auszufüllen 2. Zeichnungen:			
internationalen Anmeldung:  3. Geändertes Eingangsdatum aufgrund nachträglich, jedoch fristgerecht eingegangener Unterlagen oder Zeichnungen zur Vervollständigung dieser internationalen Anmeldung:			_
4. Datum des fristgerechten Eingangs der angeforderten Richtigstellungen nach Artikel 11(2) PCT:			
5. Internationale Recherchenbehörde  (falls zwei oder mehr zuständig sind): ISA /  6. Übermittlung des Recherchenexemplars bis zur Zahlung der Recherchengebühr aufgeschoben			
Vom Internationalen Büro auszufüllen			
Datum des Eingangs des Aktenexemplars beim Internationalen Büro:			

Dieses Blatt ist nicht Teil und zählt nicht als Blatt der internationalen Anmeldung.

# PCT

## BLATT FÜR DIE GEBÜHRENBERECHNUNG Anhang zum Antrag

Internationales Aktenzeichen	

Von Anmeldeamt auszufüllen

Anhang zum Antrag	And Individues And Individues		
Aktenzeichendes Anmelders M/LAM-032-PC	Eingangsstempel des Anmeldeamts		
Anmelder LAR Analytik & Umweltmeßtechnik GmbH, Arts, Martens			
BERECHNUNG DER VORGESCHRIEBENEN GEBÜHREN			
1. ÜBERMITTLUNGSGEBÜHR	EUR 100,00 T		
2. RECHERCHENGEBÜHR .  Die internationale Recherche ist durchzustühren von EP  (Sind zwei oder mehr Internationale Recherchenbehörden für die in	EUR 1.550,00 S		
zuständig, ist der Name der Behörde anzugeben, die die internationale soll.)	Recherche durchführen		
<ol> <li>INTERNATIONALE ANMELDEGEBÜHR         Soweit Punkte (b) und/oder (c) von Feld Nr. IX Anwendung finden, Teila Soweit Punkte (b) und (c) von Feld Nr. IX keine Anwendung finden, Gest     </li> </ol>	nzahl an Blättern } 17		
il die ersten 30 Blätter	EUR 902,00 ii		
i2 x = =	i2		
uber 30  zusätzliche Komponente (nur falls das Sequenzprotokoll und oder diesbezügliche Tabellen in computerlesbarer Form nach Abschnitt 801(a)(i), oder sowohl in dieser Form als auch auf Papier nach Abschnitt 801(a)(ii), eingereicht werden):			
400 x =	. i3		
Addieren Sie die in Feld i1, i2 und i3 eingetragenen Beträge und tragen Sie die Summe in Feld I ein	EUR 902,00 [I]		
(Anmelder aus bestimmten Staaten haben Anspruch auf eine Ermäß internationalen Anmeldegebühr um 75%. Hat der Anmelder (oder h Anmelder) einen solchen Anspruch, so beträgt der in Feld I einzi Gesamtbetrag 25% der internationalen Anmeldegebühr.)	aben alle		
4. GEBÜHR FÜR PRIORITÄTSBELEG (ggf)	P		
<ol> <li>GESAMTBETRAG DER ZU ZAHLENDEN GEBÜHREN .         Addieren Sie die in Feldern T, S, I und P eingetragenen Beträge, und tragen Sie die Summe in das nebenstehende Feld ein     </li> </ol>	EUR 2.552,00 INSGESAMT		
ZAHLUNGSWEISE			
Abbuchungsauftrag Postanweisung Barza	ahlung Kupons		
Scheck Bankwechsel Gebü	hrenmarken Sonstige (einzeln angeben):		
ABBUCHUNGS-bzw. GUTSCHREIBUNGSAUFTRAG (diese Zahlungsweise gibt es nicht bei allen Anmeldeämtern)	Anmeldeamt: RO/ EP		
Ermächtigung, den vorstehend angegebenen Gesamtbetrag der Cabzubuchen.			
(dieses Kästchen darf nur angekreuzt werden, wenn die Vorschr Anmeldeamts über laufende Konten dieses Verfahren erlauben) Ermäc Fehlbeträge oder Überzahlungen des vorstehend angegebenen Gesam der Gebühren meinem laufenden Konto zu belasten bzw. gutzusch	htigung,		
Ermächtigung, die Gebührfür die Ausstellung des Prioritätsbeleges abzu	reiben.		
ormblett PCT/PO/101 (Anhone) (Jennes 2004)			

# Verfahren und Anordnung zur Bestimmung von Wasserinhaltsstoffen

#### **Beschreibung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung von Wasserinhaltsstoffen gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 sowie eine Anordnung zur Durchführung des Verfahrens.

Es ist bekannt, zur Bestimmung des Gehaltes an bestimmten Wasserinhaltsstoffen – und damit der Qualität von Wasser – eine Probe in einer Atmosphäre eines mit Sauerstoff angereicherten inerten Transportgases zu verdampfen und zu verbrennen und das hierbei erhaltene Verbrennungsgasgemisch einem zum Nachweis von Kohlendioxid, Stickoxiden etc. geeigneten Detektor zuzuführen. Als Detektoren haben sich (neben anderen) Infrarotdetektoren für den Kohlenstoffgehalt, spezielle Chemolumineszenzdetektoren für den Stickoxidgehalt und sogenannte coulometrische Detektoren für den Halogenidgehalt bewährt.

Große Verbreitung haben die auf der Verbrennung einer Wasserprobe beruhenden Nachweisverfahren für die Erfassung des Gehaltes an organischen Inhaltsstoffen – des sogenannten TOC (total organic carbon) – erlangt. Hierbei wird üblicherweise eine kleine Wassermenge mit dem Transportgas einem auf eine vorbestimmte Temperatur aufgeheizten Ofen zugeführt, wo sie nahezu schlagartig verdampft und verbrennt, und das Verbrennungsgas wird einem NDIR-CO<sub>2</sub>-Detektor zugeführt. Dessen CO<sub>2</sub>-Gehalts-Messergebnis stellt ein Maß für den C-Gehalt der Wasserprobe dar.

25

5

10

15

Eine Ausführung dieses Verfahrens und eine entsprechende Apparatur sind in DE 43 44 441 C2 beschrieben. Eine zur Messung sehr niedriger TOC-Werte – etwa in hochreinem Wasser bzw. hochreinen Lösungen für medizinische Anwendungen – modifizierte Anordnung ist in der EP 0 684 471 A2 beschrieben.

30

Mit diesen Verfahren wird nicht ohne weiteres der interessierende TOC, sondern grundsätzlich der Gesamt-Kohlenstoffgehalt des Wassers (TC = total carbon) be-

stimmt, der neben dem TOC den Anteil an anorganischen Kohlenstoffverbindungen (TIC = total inorganic carbon) umfasst. Diese werden daher zur Bestimmung des TOC in einem vorgeschalteten Abtrennschritt (sog. Strippen) abgetrennt; vgl. dazu etwa die DE 39 42 229 C2 (mit weiteren Literaturhinweisen).

5

10

15

20

25

30

Bei der Abtrennung des anorganischen Kohlenstoffs durch Austreiben tritt das weitere Problem auf, dass austreibbarer bzw. flüchtiger organischer Kohlenstoff (POC bzw. VOC = volatile organic carbon) ebenfalls aus der Probe entfernt wird. In DE 43 09 646 A1 werden daher ein Verfahren und eine Untersuchungsanordnung des oben skizzierten Typs vorgeschlagen, bei denen der POC-Gehalt getrennt gemessen und zur Gewinnung korrekter POC-Messwerte ungewollt mit ausgetriebenen Kohlenstoffverbindungen durch ein spezielles Adsorberagens abgefangen wird.

Bei Messverfahren und -vorrichtungen der genannten Art ist in bestimmten Abständen eine Kalibrierung mit Kalibrierproben erforderlich, die einen exakt bekannten Anteil des zu bestimmenden Inhaltsstoffes aufweisen, um beispielsweise Langzeitdrifts der Detektoren erfassen und – falls vorhanden – durch entsprechende Änderungen des Auswertungsalgorithmus kompensieren zu können. Es gibt industrielle Anwendungsfälle, in denen eine solche Kalibrierung in nicht zu langen Zeitabständen durchgeführt werden sollte, weil das in ihnen eingesetzte Wasser kompromisslos und zuverlässig höchsten Reinheitsanforderungen genügen muss. So ist beispielsweise in der pharmazeutischen Industrie eine mit Reinstwasser, dessen TOC-Gehalt einen bestimmten Grenzwert überschreitet, hergestellte Produktionscharge zu verwerfen. Bei Feststellung einer solchen Unregelmäßigkeit im Zuge einer Kalibrierung der Messapparatur muss dann die gesamte Produktionsmenge seit der letzten Kalibrierung verworfen werden, was zu sehr hohen finanziellen Einbußen beim Hersteller führen kann.

Zur Vermeidung zu starker stoßartiger Druckbelastungen der Analysenapparatur durch ein Verpuffen im heißen Ofen müssen die zugeführten Wasserprobenmengen sehr klein gemacht werden, was den Einsatz präzisester Dosiertechnik voraussetzt. Für die oben erwähnten Kalibrierungen mit Wasserproben, die einen sehr geringen und exakt definierten Anteil des zu erfassenden Wasserinhaltsstoffes enthalten

20

25

30

( )

(sogenannte "Nullwasserlösungen") wirft das zusätzliche Probleme auf: Jede kleinste Verunreinigung eines verwendeten Gefäßes, Dosiermittels etc. kann beim Kalibrierungsvorgang hochgradig verfälschend wirken. Dies verschärft die ohnehin problematische Situation, dass bei Nullwasser-Konzentrationen des relativen Inhaltsstoffes (z.B. Kohlenstoff) unterhalb von 1 mg/l ein exakter Ansatz der Kalibrierlösungen und speziell auch die exakt graduierte Einstellung verschiedener Inhaltsstoffe-Konzentrationen schon deshalb problematisch ist, weil das "Verdünnungswasser" ebenfalls nicht völlig rein ist.

Im übrigen sind die erwähnten Kalibrierungsprozeduren unter Einsatz von Kalibrier- bzw. Nullwasserlösungen auch arbeitsaufwendig und erfordern den Einsatz von qualifiziertem Fachpersonal, und hinzu kommt noch eine relativ große Störungsanfälligkeit aufgrund von Umgebungseinflüssen. Im Grunde ist im genannten Konzentrationsbereich die Gewährleistung von Reinstraumbedingungen erforderlich, einschließlich der entsprechenden Klimatechnik und Bekleidung des Personals.

Der Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, ein kostengünstiges und für den Routinebetrieb geeignetes Verfahren mit hoher Messgenauigkeit zur spezifischen Bestimmung von Wasserinhaltsstoffen, speziell des TOC in hochreinem Wasser für pharmazeutische Prozesse, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens anzugeben.

Die Aufgabe wird hinsichtlich ihres Verfahrensaspekts durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 und hinsichtlich des Vorrichtungsaspekts durch eine Vorrichtung mit den Merkmalen des Anspruchs 8 gelöst.

Die Erfindung schließt den wesentlichen Gedanken ein, in grundlegende Abkehr von der bisherigen Praxis beim gattungsgemäßen Verfahren eine Kalibrierung nicht mehr mit einer Probe im gleichen Aggregatzustand wie die Messprobe – also einer Kalibrier- oder Nullwasserlösung -, sondern mit einem Kalibriergas auszuführen. Diese Idee fußt auf der Überlegung, dass auch ein Gas mit einer vorbestimmten Menge des zu erfassenden Inhaltsstoffes einer zu prüfenden Wasserprobe (etwa Kohlenstoff) dotiert werden kann. Weiterhin gehört hierzu die Überlegung, dass ein

7 )

25

30

solches Kalibriergas mit präzise vorbestimmter Dotierung mit bekannten Technologien relativ leicht und kostengünstig herstellbar und im Laborbetrieb auf einfache Weise und hochgradig frei von Umwelteinflüssen handhabbar ist.

Mit der Erfindung werden insbesondere in industriellen Prozessen, in denen kontinuierlich Reinstwasser mit sehr geringer und strikt begrenzter Konzentration an bestimmten Inhaltsstoffen zur Verfügung stehen muss, erhebliche Vorteile erreicht: Die relativ leichte Handhabung ermöglicht in unaufwendiger Weise Kalibrierungen in kurzen Abständen, ohne dass hierzu aufwendige Maßnahmen zur Abschirmung von Umwelteinflüssen (Reinstraumbedingungen, spezielle Bekleidung und Verhaltensweisen des Personals und der Einsatz von qualifiziertem Analysepersonal) erforderlich wären. Zudem sind die gasförmigen Kalibrierproben – jedenfalls nach Etablierung des vorgeschlagenen Verfahrens – kostengünstig verfügbar.

In einer besonders bedeutsamen Ausführungsvariante des Verfahrens wird zur Bestimmung des Gehaltes von Messproben an organischem Kohlenstoff (TOC) ein Kalibriergas mit einem vorbestimmten CO<sub>2</sub>-Gehalt eingesetzt. Diese Anwendung ist besonders wichtig in der pharmazeutischen Industrie, wo bei vielen Verfahren Reinstwasser mit einem streng limitierten TOC-Gehalt eingesetzt werden muss und Produkte, die unter Einsatz von Wasser mit erhöhtem TOC-Gehalt hergestellt wurden, zu verwerfen sind.

In einer bevorzugten Verfahrensführung wird eine vorbestimmte Menge des Kalibriergases durch Befüllung eines Reservoirs, insbesondere Schlauchabschnittes, mit bekanntem Volumen unter Atmosphärendruck oder mit Druckkompensation eingestellt, welches nach Befüllung mit dem Kalibriergas vom Transportgasstrom durchströmt. Hiermit werden an sich bekannte Loop-Injektionsverfahren und -anordnungen, bei denen auch die Messproben zunächst in einem entsprechenden Reservoir (Schlauchabschnitt) gesammelt und dann dem Verbrennungsofen zugeführt werden, erfindungsgemäß verbessert und die o.g. Vorteile erreicht.

In einer weiteren vorteilhaften Verfahrensführung ist vorgesehen, dass im Rahmen einer Kalibrierungsprozedur ein mehrmaliger Eintrag von Kalibriergas in das Verbrennungsgefäß, mit jeweiliger Erfassung des Wasserinhaltsstoffes im Detektor, erfolgt. Hiermit kann den üblichen Kalibrierungs-Vorschriften entsprochen werden, die eine statistische Auswertung über mehrere Messpunkte vorsehen. In einer Fortbildung dieser Ausführungsform zeichnet sich das Verfahren dadurch aus, dass eine mehrschrittige Kalibrierung mit einer Mehrzahl verschiedener Kalibriergase ausgeführt wird, welche unterschiedliche vorbestimmte Anteile des zu bestimmenden Elementes enthalten. Dies stellt eine besonders einfache, schnelle und wenig fehleranfällige Realisierung der (an sich bekannten und in DIN- bzw. EN-Vorschriften vorgeschriebene) Kalibrierung an mindestens fünf Konzentrations-Punkten auf einer linearen Geraden dar.

Was die Auswertung der erfindungsgemäßen Kalibrierungs-Messungen angeht, so wird in zweckmäßiger Weise die Fläche unter einem Messsignalpeak am Detektor integriert und auf den vorbestimmten Gehalt des Elementes im Kalibriergas normiert. Speziell erfolgt die Normierung unter Einsatz eines vorbestimmten Korrekturfaktors.

Die vorrichtungsseitigen Aspekte der Erfindung korrespondieren im wesentlichen zu den oben ausgeführten Verfahrensaspekten und werden insoweit hier nicht nochmals dargestellt. Die Bereitstellung der Kalibriergase erfolgt zweckmäßigerweise in industrieüblicher Verpackung, also in an sich bekannten Druckgasflaschen. Bei der oben erwähnten Loop-Variante ist mindestens eine solche Flasche an einen vorbestimmten Schlauchabschnitt der Apparatur an der Eingangsseite des Erhitzungsgefäßes (Verbrennungsofens) anschließbar; zweckmäßigerweise sind zur Realisierung der ebenfalls oben erwähnten Mehrpunkt-Kalibrierung dort mehrere Gasflaschen wahlweise anschließbar, die den relevanten Inhaltsstoff in unterschiedlicher Konzentration (ppm, ppw) enthalten. Der Anschluss kann in einfacher Weise durch übliche Absperrventile bzw. die Absperr- und Reduzierventile der Gasflaschen, in Verbindung auch mit anordnungsseitigen Mehrwegeventilen, erfolgen.

30

5

10

15

20

25

Für den oben erwähnten wichtigen Einsatzfall der TOC-Bestimmung in Prozesswasser (Reinstwasser) ist die Anbindung von Kalibriergasflaschen an die Analysenanordnung vorgesehen, die  $CO_2$  in vorbestimmter Konzentration in hochreinem  $N_2$ 

oder hochreiner Luft enthalten. Es versteht sich, dass bei Messanordnung für andere Wasserinhaltsstoffe entsprechende andere Kalibriergas-Zusammensetzungen einzusetzen sind.

Vorteile und Zweckmäßigkeiten der Erfindung ergeben sich im übrigen aus den abhängigen Ansprüchen sowie der nachfolgenden Beschreibung eines bevorzugten Ausführungsbeispiels anhand der Figur.

Die einzige Figur zeigt eine Prinzipdarstellung einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Anordnung in einem ersten Betriebszustand.

Die Figur zeigt eine TOC-Messanordnung 1 zur Erfassung des Gehaltes einer Prozesswasserprobe an organischem Kohlenstoff, deren Kernstücke ein thermischer Reaktor 3 zum thermischen Aufschluss von Wasserproben und ein Infrarotdetektor 5 zur Erfassung des CO<sub>2</sub>-Gehaltes der den Reaktor 3 verlassenden Reaktionsprodukte und somit zur (indirekten) Bestimmung des TOC-Gehaltes in Wasserproben 7 sind. Die Wasserproben 7 gelangen über ein (optionales) Druckreduzierventil 9 und ein Mehrwegeventil 11 zunächst in eine Dosierschleife (Loop) 13 und werden bei einem Messvorgang von dort – in geeigneter Stellung der Mehrwegeventile 15, 17, 19 und 21 - durch einen Transport- bzw. Trägergasstrom 23 in den Reaktor 3 eingetragen und dort schlagartig erhitzt und verbrannt. Der Trägergasstrom 23 wird über eine Förderpumpe 25 und ein mit einer Druckmesseinrichtung 27 ausgestattetes Druckreduzierventil 29 sowie eine Volumenstrom-Messeinrichtung 31 und ein Rückschlagventil 33 zum ersten Mehrwegeventil 15 geführt.

25

30

15

20

Ausgangsseitig des Reaktors 3 ist zunächst ein Reaktionsgas-Kühler 35 angeordnet, der zwei Stufen 35a, 35b aufweist und aus dem daher zwei Kondenswasserströme 37a, 37b austreten, die jeweils über eine Peristaltik-Pumpe 39a, 39b abgeführt werden. Das insoweit entwässerte Reaktionsgas wird dann über ein Aerosolfilter 41 und eine Säurefalle 43 zu einer Massendurchsatz-Steuerung 45 geführt. Er gelangt von dort schließlich über ein Luftfilter 47 zum bereits erwähnten IR-Detektor 5 und verlässt die Anlage über eine ausgangsseitige Volumenstrom-Erfassungseinrichtung 49.

10

15

20

Anstelle einer als Messprobe dienenden Wasserprobe 7 kann, zur Realisierung eines Kalibrationsvorganges, dem Reaktor auch ein Kalibriergas 51 im Trägergasstrom 23 zugeführt werden. Zu diesem Zwecke ist an das Mehrwegeventil 11 eine (hier symbolisch dargestellte) Kalibriergasflasche 53 angeschlossen. In einer deren Ausgang mit dem nachgeschalteten Mehrwegeventil 17 verbindenden Stellung des Mehrwegeventils 11 wird dann anstelle einer flüssigen Messprobe 7 eine gasförmige Kalibrierprobe 51 in die Loop 13 eingeleitet. Nachdem diese befüllt ist, kann analog zum normalen Messvorgang - durch geeignete Stellung der Mehrwegeventil-Gruppe 15, 17, 19 und 21 die Kalibrierprobe in den Reaktor eingetragen werden. Sie wird dort in gleicher Weise wie eine Messprobe umgesetzt, und das Erfassungsergebnis am IR-Detektor 5 wird mit einem auf die gasförmige Kalibrierprobe zugeschnittenen Auswertungsprogramm ausgewertet. Im Ergebnis der Auswertung der Kalibriermessung wird ggf. auch das Auswertungsprogramm für die Messproben-Auswertung zur Kompensation von zwischenzeitlich aufgetretenen Nulllinienverschiebungen o.ä. modifiziert. Damit wird eine gleichbleibende Erfassungsgenauigkeit der TOC-Messanordnung 1 gewährleistet.

Die Ausführung der Erfindung ist nicht auf dieses Beispiel beschränkt, sondern ebenso in einer Vielzahl von Abwandlungen der konkreten Messanordnung wie auch hinsichtlich der zu bestimmenden Wasserinhaltsstoffe und der einzusetzenden (gasförmigen) Kalibrierproben möglich.

#### Patentansprüche

- Verfahren zur Bestimmung eines Wasserinhaltsstoffes, insbesondere des Gehaltes an organischem Kohlenstoff und/oder Stickstoff, bei dem eine wässrige Probe in mindestens einem mit einer Heizeinrichtung versehenen Erhitzungsgefäß verdampft und verbrannt und das Verbrennungsprodukt in einem Transportgasstrom einem Detektor zur Konzentrationsbestimmung einer gasförmigen Verbindung des Wasserinhaltsstoffes zugeführt wird, dad urch gekennzeich net, dass eine Kalibrierung mit einer vorbestimmten Menge eines Kalibriergases ausgeführt wird, welches das dem Wasserinhaltsstoff entsprechende Element, insbesondere Kohlenstoff und/oder Stickstoff, in vorbestimmter Konzentration enthält.
- Verfahren nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass zur Bestimmung des Gehaltes von Messproben an organischem Kohlenstoff (TOC) ein Kalibriergas mit einem vorbestimmten CO<sub>2</sub>-Gehalt eingesetzt wird.
- Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
  d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
  eine vorbestimmte Menge des Kalibriergases durch Befüllung eines Reservoirs, insbesondere Schlauchabschnittes, mit bekanntem Volumen unter Atmosphärendruck oder mit Druckkompensation eingestellt wird, welches nach
  Befüllung mit dem Kalibriergas vom Transportgasstrom durchströmt wird.
  - 4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche,
    d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
    im Rahmen einer Kalibrierungsprozedur ein mehrmaliger Eintrag von Kalibriergas in das Verbrennungsgefäß, mit jeweiliger Erfassung des Wasserinhaltsstoffes im Detektor, erfolgt.

15

30

- Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die Fläche unter einem Messsignalpeak am Detektor integriert und auf den vorbestimmten Gehalt des Elementes im Kalibriergas normiert wird.
- Verfahren nach Anspruch 5,d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dassdie Normierung unter Einsatz eines vorbestimmten Korrekturfaktors erfolgt.
- 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 bis 6,
  d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
  eine mehrschrittige Kalibrierung mit einer Mehrzahl verschiedener Kalibriergase ausgeführt wird, welche unterschiedliche vorbestimmte Anteile des zu bestimmenden Elementes enthalten.
- Anordnung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorangehenden Ansprüche, mit einer Messproben-Zuführeinrichtung, einem Erhitzungsgefäß, einer Transportgasquelle, einer ausgangsseitig des Erhitzungsgefäßes angeordneten Detektoreinrichtung und einem das Erhitzungsgefäß eingangsseitig mit der Transportgasquelle verbindenden Strömungsweg, an den die Messproben-Zuführeinrichtung absperrbar angeschlossen oder anschließbar ist, dad urch gekennzeichne that dass in den Strömungsweg des Transportgasstromes mindestens ein Kalibriergas-Reservoir eingebunden oder einzubinden ist.
  - 9. Anordnung nach Anspruch 8,
    d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
    an den Strömungsweg des Transportgases mindestens eine das Kalibriergas,
    insbesondere ein Kalibriergas mit vorbestimmter CO<sub>2</sub>-Konzentration, enthaltende Gasflasche absperrbar angeschlossen ist.
  - Anordnung nach Anspruch 9,
     dadurch gekennzeichnet, dass

die Gasflasche mit einem Schlauchabschnitt vorbestimmten Volumens verbindbar ist, der einen Abschnitt des Strömungsweges des Transportgases bildet.

5 11. Anordnung nach Anspruch 9 oder 10, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass an den Strömungsweg des Transportgases eine Mehrzahl von das Kalibriergas in unterschiedlichen Konzentrationen enthaltenden Gasflaschen einzeln absperrbar angeschlossen ist.

10

## Zusammenfassung

Verfahren zur Bestimmung eines Wasserinhaltsstoffes, insbesondere des Gehaltes an organischem Kohlenstoff und/oder Stickstoff, bei dem eine wässrige Probe in mindestens einem mit einer Heizeinrichtung versehenen Erhitzungsgefäß verdampft und verbrannt und das Verbrennungsprodukt in einem Transportgasstrom einem Detektor zur Konzentrationsbestimmung einer gasförmigen Verbindung des Wasserinhaltsstoffes zugeführt wird, wobei eine Kalibrierung mit einer vorbestimmten Menge eines Kalibriergases ausgeführt wird, welches das dem Wasserinhaltsstoff entsprechende Element, insbesondere Kohlenstoff und/oder Stickstoff, in vorbestimmter Konzentration enthält.

(Figur)

5

10

